

Raziskave vpliva vroče deformacije in izločilnega žarjenja na mikrostrukturo in trdoto mikrolegiranega jekla po normalizaciji

ASM/SLA: Ay-n J₂₄
UDK: 669.14.018.2 : 669-153.65

F. Vodopivec, M. Gabrovšek in M. Kmetič

1. UVOD

Mikrolegirana jekla predstavljajo velik napredek pri izboljšanju kvalitete in uporabnosti jekel, ki jih sicer radi označimo s pojmom masovna jekla, zato ker se uporabljajo v velikih količinah. Odlikujejo se po visoki meji plastičnosti, visoki žilavosti, nizki prehodni temperaturi žilavosti, po dobrih tehnoloških lastnostih in zadovoljivi varivnosti. Jekla vsebujejo le majhne količine legirnih elementov, predvsem niobija in vanadija. Izoblikovali sta se dve tehnologiji predelave jekel. Ena je tako imenovano kontrolirano valjanje, to je valjanje v določenem temperaturnem intervalu po določenem načrtu redukcij debeline. Po literaturnih podatkih je v tem primeru predvsem važna končna temperatura valjanja in končna redukcija, da dobi jeklo finožrnato, vendar rekristalizirano mikrostrukturo iz ferita in perlita, kar mu poleg izločilne utrditve zagotovi dobre uporabne lastnosti. V strokovnem tisku je zelo veliko razprav in in člankov o kontroliranem valjanju, od začetnih razprav Irvina in Pickeringa¹, Morrisona², preko člankov, ki obravnavajo izoblikovanje mikrostrukture in izločilno utrditev pri kontroliranem valjanju, na pr.: Jones in Rotwell³, Duckworth, Philipps in Chapman⁴, Baker^{5,6}, Philipp in Crane⁷ ter posebno Irvine, Gladmann, Orr in Pickering⁸, ki obravnavajo poleg učinka valjanja, še učinek količine mikrolegirnih elementov ter ogljika in mangana. Pomembne so tudi razprave, ki obravnavajo samo izločilno utrditev, predvsem mehanizem izločanja, velikost delcev, njihovo razdelitev in utrditev, ki jo povzročata njihova prisotnost, na pr.: Gray, Webster in Woodhead⁹, Mandry, Namdar in Wache¹⁰, Tanino in Aoki¹¹, Constant, Grumbach in Sanz¹², Battle in Honeycombe¹³, Hornbogen in Minuth¹⁴ ter Gabrovšek¹⁵. Objavljeno je bilo še precej razprav, ki obravnavajo različne poglede na nastanek izločkov. S teoretičnega gledišča je zanimivo delo Le Bona, Rofes-Vernisa in Rossarda¹⁶, ki obravnava vpliv prisotnosti niobija v jeklu, v trdi raztopini v avstenitu, ali v obliki izločkov, na

utrditev in rekristalizacijo avstenita pri vroči predelavi jekla.

Zelo izčrpno razpravo o vplivu mikrolegiranja na lasnosti jekel so objavili Meyer, Bühler in Heisterkamp¹⁷. Vedeti je potrebno, da je bil Meyer nosilec razvoja na področju mikrolegiranih jekel v ZR Nemčiji in je objavil številne razprave o problemih teh jekel.

Valjarne, ki za kontrolirano valjanje niso bile grajene ali preurejene, lahko valjajo le pri zmanjšani produktivnosti, seveda ob pogoju, da valjarska stojala lahko brez posledic prenašajo velike sile, ki nastajajo pri močnih redukcijah jekla, ki je sorazmerno trdo zaradi nizke končne temperature predelave.

Druga pot izkoriščanja učinka mikrolegiranja je kombinacija valjanja in toplotne obdelave. V tem primeru pogoji valjanja niso tako strogo opredeljeni, manjše pa so tudi obremenitve valjarskih ogrodič. Mislimo, da smemo šteti k temu postopku v dobro dejstvo, da je zaradi dodatne toplotne obdelave manj možnosti, da bi v ploščah prišlo do tako izrazite slojaste razdelitve ferita in perlita, da bi bile lastnosti jekla v smeri pravokotno na ravnino valjanja bistveno slabše, kot v ravnini valjanja. To je posebno važno v primerih, ko so na ploščah kotni zvari, pri katerih izrazita slojavost in zelo sploščeni sulfidni vključki močno zmanjšujejo nosilnost pločevine v smeri debeline in povzročajo lamelno trganje.

V strokovnem tisku o drugem postopku skoraj ni podatkov, iz naše obrazložitve pa izhaja, da je tehnološko manj ugoden, vendar še vedno zanimiv. Zato je upravičeno prizadevanje, da se bolje spoznajo procesi, od katerih so odvisne lastnosti jekla po predelavi in toplotni obdelavi in se tako eventualno najde pot za dopolnitev tehnologije predelave.

Ta raziskava je zanimiva tudi za primer, ko pogoji uporabe zahtevajo normalizacijo zvarjenih konstrukcij ali odkovkov iz mikrolegiranih jekel.

Velja si zapomniti, da je potrebno za optimalno izkoriščenost mikrolegiranja in da bi dosegli ugodne mehanske in tehnološke lastnosti jekla, doseči naslednje:

— enakomerno mikrostrukturo iz ferita in perlita s čim manjšimi kristalnimi zrni,

Dr. Franc Vodopivec, dipl. inž. je samostojni raziskovalec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

Dr. Marin Gabrovšek, dipl. inž., direktor TKR Železarne Jesenice

M. Kmetič, sodelavec Metalurškega inštituta v Ljubljani

— doseči čim manj plastasto razdelitev ferita in perlita in s tem približati lastnosti jekla v smeri pravokotno na ravnino valjanja lastnosti v ravnini valjanja in

— končno doseči čim večji učinek izločilne utrditve, vendar le do meje, ko afinacija kristalnih zrn ohrani jeklu dobro žilavost in nizko prehodno temperaturo.

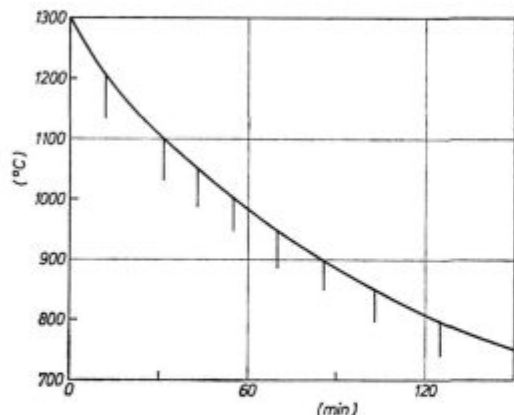
2. NAČIN DELA

Za raziskavo smo izbrali tri jekla, pomirjena z aluminijem, katerih sestave so v tabeli 1. Vsa jekla imajo enako osnovno sestavo, eno je brez dodatka mikrolegiranih elementov, drugo je legirano z niobijem, tretje pa je legirano z niobijem in vanadijem.

Tabela 1 — Sestava jekel

Element: v %	Č 0562	Niobal 43	Nioval 47
C	0,18	0,16	0,17
Si	0,38	0,50	0,44
Mn	1,21	1,44	1,39
Al	0,030	0,066	0,033
Nb	—	0,062	0,057
V	0,009	—	0,055
N	0,0064	0,0128	0,0127
Cu	0,14	0,22	0,16

Vzorci jekel smo topilno ogrevali eno uro pri 1300 °C, nato v peči ohladili na temperaturno deformacijo (sl. 1) in deformirali z enim udarcem na padalnem kladivu v temperaturnem intervalu med 1300 in 750 °C. Energija kladiva je bila konstantna, zato je stopnja deformacije padala od



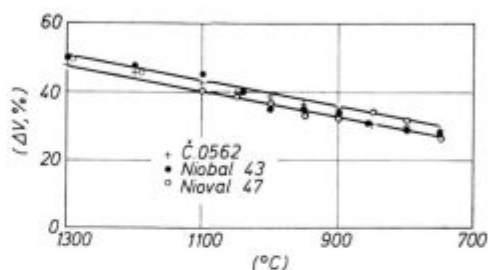
Slika 1

Prikaz ohlajanja jekel v peči z označenimi temperaturami deformacije

Fig. 1

Presentation of cooling steel in furnace with marked temperatures of deformation

približno 50 % na približno 30 % (sl. 2). Velikost vzorcev je bila 100 × 13 × 6 mm, zato smo lahko opravili le metalografske preiskave in meritve trdote.



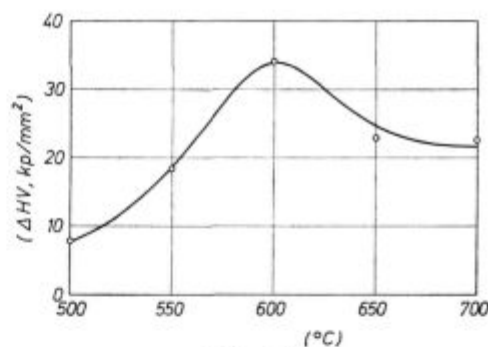
Slika 2

Stopnja deformacije v odvisnosti od temperature

Fig. 2

Degree of deformation depending on the temperature

V obeh mikrolegiranih jeklih je prišlo do statične rekristalizacije po deformaciji do temperature 1050 °C. Pod 1000 °C je ostal avstenit nerekrystaliziran, med obema temperaturama pa je prišlo do delne rekristalizacije. Jeklo brez mikrolegiranih dodatkov je rekristaliziralo po deformaciji do mnogo nižje temperature in samo po deformaciji pri 750 °C je ostal avstenit nerekrystaliziran, deloma rekristaliziran pa pod 850 °C.



Slika 3

Vpliv temperature izločilnega žarjenja (trajanje 1^h) na pridobitev trdote jekla Nioval 47

Toplotna obdelava: Topilno ogrevanje 1^h pri 1300 °C, ohlajitev na zraku in izločilno ogrevanje

Fig. 3

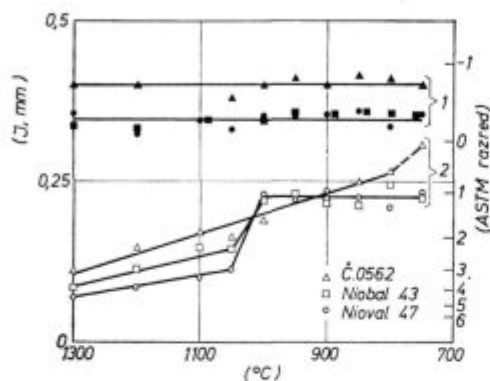
Influence of precipitation annealing temperature (1^h) on the hardness increase of Nioval 47 steel. Heat treatment: dissolution annealing 1 hour at 1300 °C, cooling in air, and precipitation annealing

Po deformaciji so bili vzorci ohlajeni na zraku ali kaljeni v vodi. Nato so bili na zraku ohlajeni vzorci izločilno ogrevani eno uro pri 600 °C, kar povzroči največjo izločilno utrditev (sl. 3) in normalizirani pri 920 °C. Vzorci, kaljeni s temperature deformacije, so bili le normalizirani. Del vzorcev, na katerih smo določili velikost avstenitnih zrn, je bil kaljen s temperature normalizacije.

Velikost avstenitnih zrn smo določili po metodi linearne intercepcije. Na vsakem vzorcu smo določili trdoto iz povprečja 12 do 15 meritev.

3. REZULTATI IN KOMENTAR

Velikost avstenitnih zrn pred deformacijo (po topilnem ogrevanju) je bila skoraj enaka v vseh jeklih. V deformiranem in rekristaliziranem stanju je velikost avstenitnih zrn naraščala s padanjem temperature deformacije (sl. 4). Mogoče je bila temu vzrok vzporedno padajoča intenziteta deformacije. Velikost avstenitnih zrn, merjena v smeri

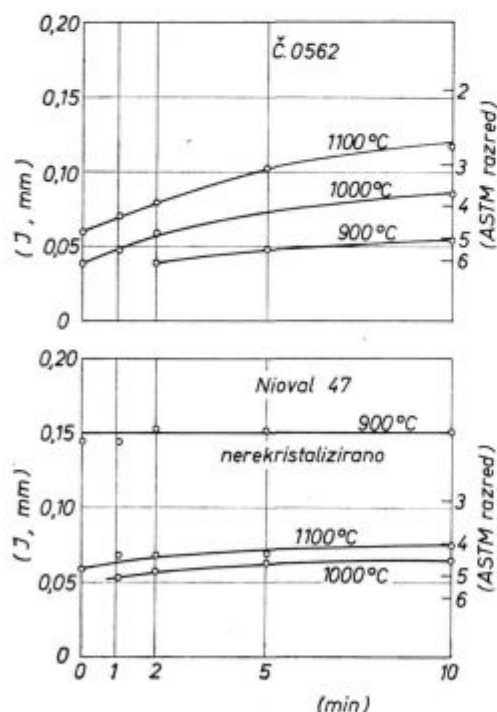


Slika 4

Vpliv temperature deformacije na intercepcijsko dolžino avstenitnih zrn v smeri deformacije v deformiranem (1) in v nedeformiranem jeklu (2)

Fig. 4

Influence of the temperature of deformation on the intercepting length of austenite grains in the direction of deformation in the deformed (1) and underformed (2) steel



Slika 5

Vpliv zadržanja jekla po deformaciji na temperaturi deformacije na intercepcijsko dolžino rekristaliziranih zrn avstenita

Fig. 5

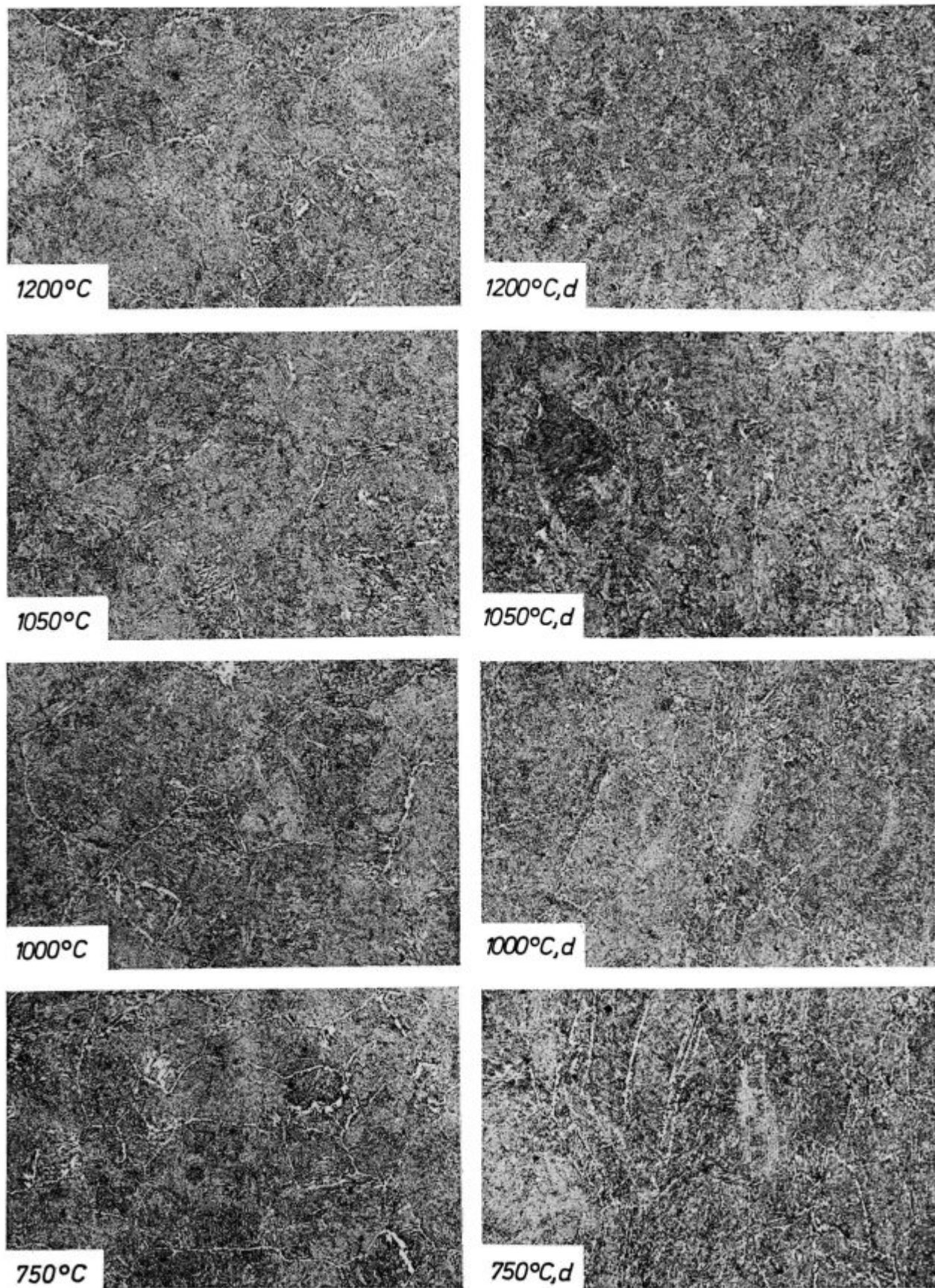
Influence of keeping steel after deformation at the temperature of deformation on the intercepting length of recrystallized austenite grains

Tabela 2 — Stanje avstenita v vzorcih, ki so bili po deformaciji kaljeni v vodi

Temperatura deformacije °C	Č 0562 (5)	Niobal 47 (6) in Niobal 47 (4)
1300	rekristaliziran	rekristaliziran
1200	rekristaliziran	rekristaliziran
1100	rekristaliziran	rekristaliziran, obstojajo posamezna nerekristalizirana zrna
1050	rekristaliziran	približno polovico rekristaliziran
1000	rekristaliziran, obstojajo posamezna nerekristalizirana zrna	nerekristaliziran, obstojajo majhna rekristalizirana polja, ki med seboj niso povezana
950	približno polovično rekristaliziran	nerekristaliziran
900	pretežno nerekristaliziran	nerekristaliziran
850	nerekristaliziran, obstojajo majhna rekristalizirana polja, ki med seboj niso povezana	nerekristaliziran
800	nerekristaliziran	nerekristaliziran
750	nerekristaliziran	nerekristaliziran

deformacije, je zrasla v intervalu parcialne rekristalizacije na skoraj konstantno velikost v obeh mikrolegiranih jeklih. Mikroskopski videz avstenitnih zrn v vzorcih, ki so bili kaljeni s temperature deformacije (tabela 2), je potrdil grafikon na sl. 4. Primerjava med tabelo in grafikonom pa pokaže, da prihaja do nadaljevanja rekristalizacije tudi med ohlajanjem jekla Č 0562 na zraku, saj se pojavljajo v kaljenih vzorcih nerekristalizirana avstenitna zrna pri približno 100 °C višji temperaturi.

Temperatura, pri kateri po deformaciji ni prišlo do rekristalizacije avstenita, je nekoliko višja od temperature, ki jo navajajo Dillarmore, Dewnap in Frost¹⁸. Ta razlika je verjetno posledica precej velike hitrosti ohlajanja vzorcev po deformaciji. Dejansko se je pokazalo pri izotermnem zadržanju jekel po deformaciji na temperaturah deformacije 900, 1000 in 1100 °C, da ni prišlo do statične rekristalizacije le pri 900 °C, pri 1000 °C pa se je izvršila v eni minuti (sl. 5). Pri tem ogrevanju je bila rast rekristaliziranih zrn avstenita mnogo počasnejša v jeklu z niobijem in vanadijem kot v jeklu brez mikrolegiranih dodatkov. Iz sl. 5 je mogoče izračunati, da znaša aktivacijska energija za linearno rast avstenitnih zrn le 14 kcal/gr. atom, če pa upoštevamo volumsko rast,

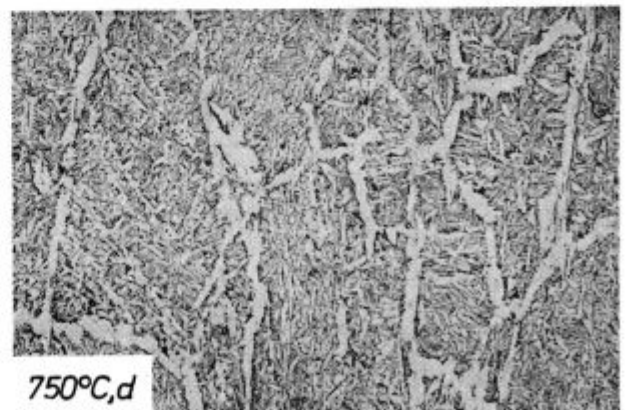
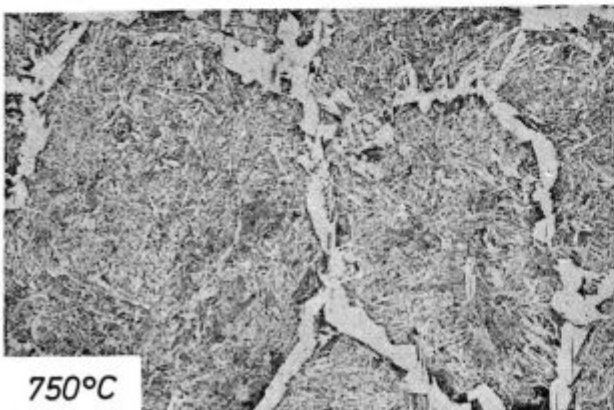
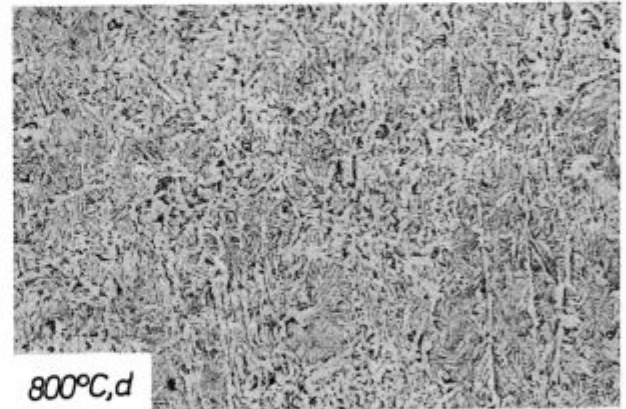
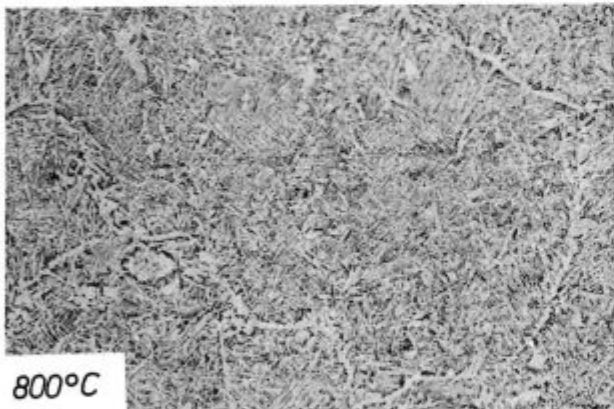
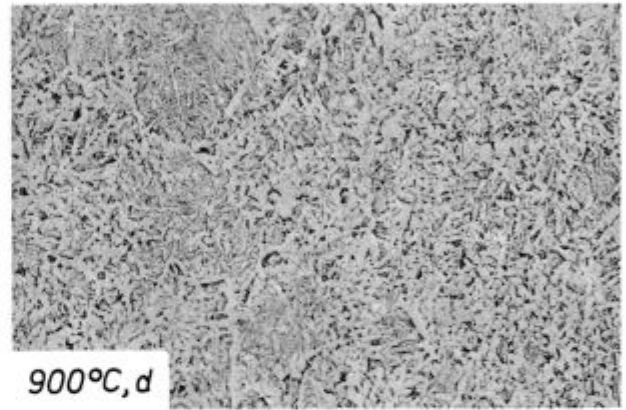
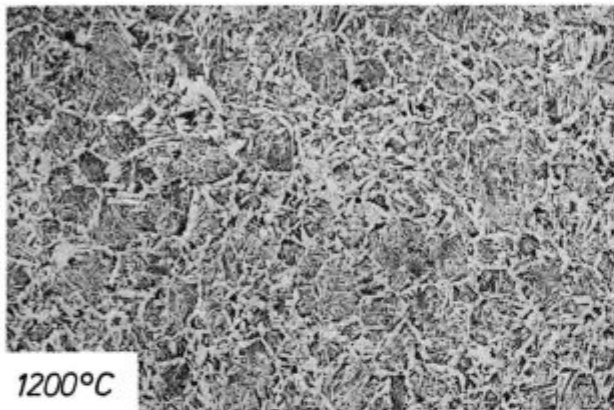
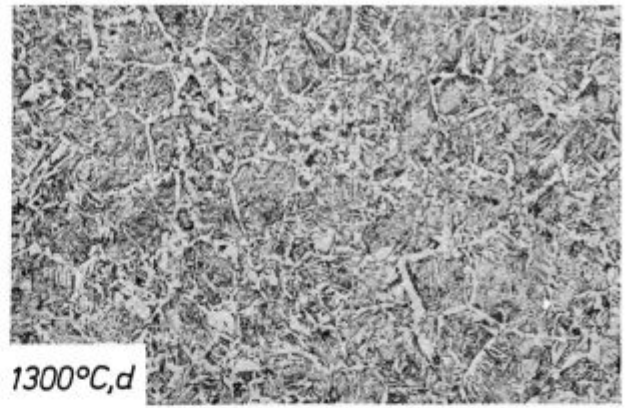
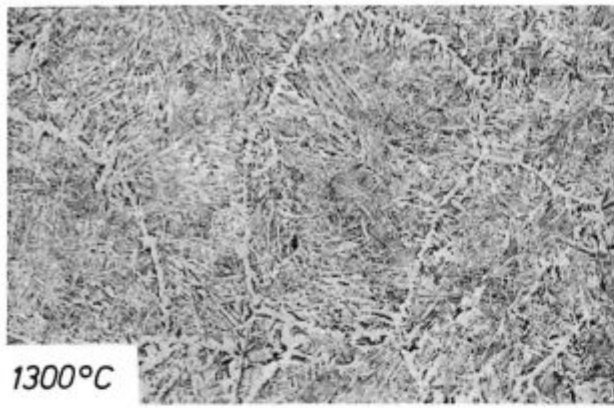


Slika 6

Pov. 50 ×, jedkano z nitalom. Mikrostruktura jekla Niobal 43 po ohladitvi na zraku z različnih temperatur deformacije: deformirano jeklo ima oznako d, nedeformirano jeklo je brez oznake

Fig. 6

Magnification 50 ×, nital etched. Microstructure of Niobal 43 steel after cooling in air from various temperatures of deformation: deformed steel is marked with d, undeformed steel is without mark



Slika 7

Pov. 50 \times , jedkano z nitalom. Mikrostruktura jekla Č0562 po ohladitvi na zraku z različnih temperatur deformacije. Deformirano jeklo ima oznako d, nedeformirano je brez oznake

Fig. 7

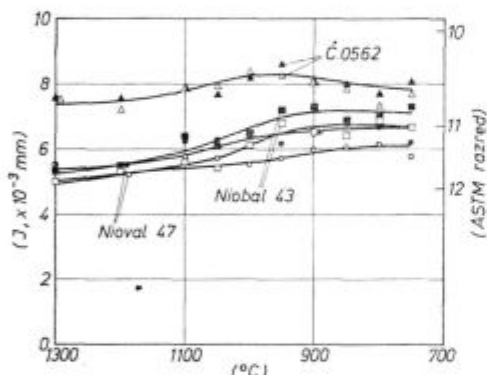
Magnification 50 \times , nital etched. Microstructure of Č.0562 steel after cooling in air from various temperatures of deformation: deformed steel is marked with d, undeformed steel is without mark

znaša ta energija 42 kcal/gr. atom. Ta vrednost je nekoliko nizka, zato je vprašljivo, ali je prišel do izraza pri 10-minutnem ogrevanju resnično temperaturno aktiviran proces ali pa so prišli do izraza tudi vplivi predhodne deformacije avstenita.

Torej inhibira prisotnost niobija v jeklu statično rekristalizacijo in rast kristalnih zrn avstenita. Pri enaki osnovni sestavi ter enakih deformacijskih in temperaturnih pogojih pride do statične rekristalizacije jekla pri približno 150 °C nižji temperaturi, če v jeklu ni niobija. To potrjujejo opazovanja, ki so jih objavili Wilber, Bell, Bucher in Childs¹⁹ in se le deloma ujema s trditvami Irwina, Gladmanna, Orra in Pickeringa⁸.

Po ohladitvi na zraku z deformacijske temperature sta imeli mikrolegirani jekli bainitno mikrostrukturo s feritno mrežo po mejah avstenitnih zrn (sl. 6). Jeklo Č 0562 je imelo v enakih pogojih deformacije bolj grobo mikrostrukturo z več ferita bainitnega tipa, malo perlita in širšo feritno mrežo po mejah (sl. 7).

Po normalizaciji so imela vsa jekla mikrostrukturo iz ferita in perlita. Intercepcijska dolži-



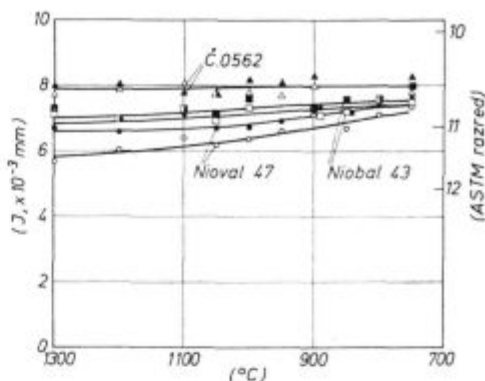
Slika 8

Vpliv temperature deformacije na intercepcijsko dolžino feritno-perlitne mikrostrukture normaliziranih jekel. Beli znaki — deformirano jeklo, črni znaki — nedeformirano jeklo. Pred normalizacijo so bila jekla 1 uro izločilno ogrevana pri 600 °C.

Fig. 8

Influence of temperature of deformation on the intercepting length of ferrite-pearlite microstructure of normalized steel. Circles — deformed steel, dots — undeformed steel. Before normalizing, steel was precipitation annealed 1 hour at 600 °C.

na te mikrostrukture nekoliko raste s padanjem temperature deformacije (sl. 8 in 9). Po deformaciji in pred normalizacijo so imela jekla zelo različna avstenitna zrna, razlika je znašala do 4 razrede ASTM skale. Ta razlika ni povzročila nobene izmerljive razlike v intercepcijski dolžini po normalizaciji. Torej je pomembna le realna velikost avstenitnih zrn na temperaturi normalizacije, ne pa velikost zrn, katero je imelo jeklo pred ogrevanjem za normalizacijo, če želimo doseči fino-zrnato mikrostrukturo po normalizaciji. Izločilno ogrevanje pred normalizacijo zmanjšuje intercep-



Slika 9

Enako kot sl. 8, vendar za jekla, ki pred normalizacijo niso bila izločilno ogrevana

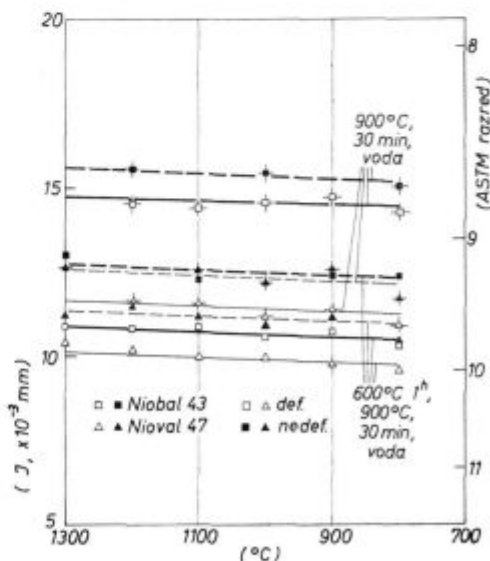
Fig. 9

The same as Fig. 8 for steel which were not precipitation annealed before normalising

cijsko dolžino po normalizaciji v obeh mikrolegiranih jeklih, v jeklu Č 0562 pa je skoraj brez vpliva.

Intercepcijska dolžina za avstenitna zrna pri temperaturi normalizacije skoraj ni odvisna od temperature deformacije v obeh mikrolegiranih jeklih (sl. 10), saj spada razlika med 1300 in 750 °C v interval merilnega odstopanja. Zaradi deformacije se velikost avstenitnih zrn nekoliko zmanjša; kaže, da je statična rekristalizacija skoraj brez učinka.

Izločilno ogrevanje pomembno zmanjša velikost avstenitnih zrn pri temperaturi normalizacije v obeh mikrolegiranih jeklih. Značilno pa je, da so pri enakih pogojih manjša avstenitna zrna v jeklu Nioval 47 kot v jeklu Niobal 43.

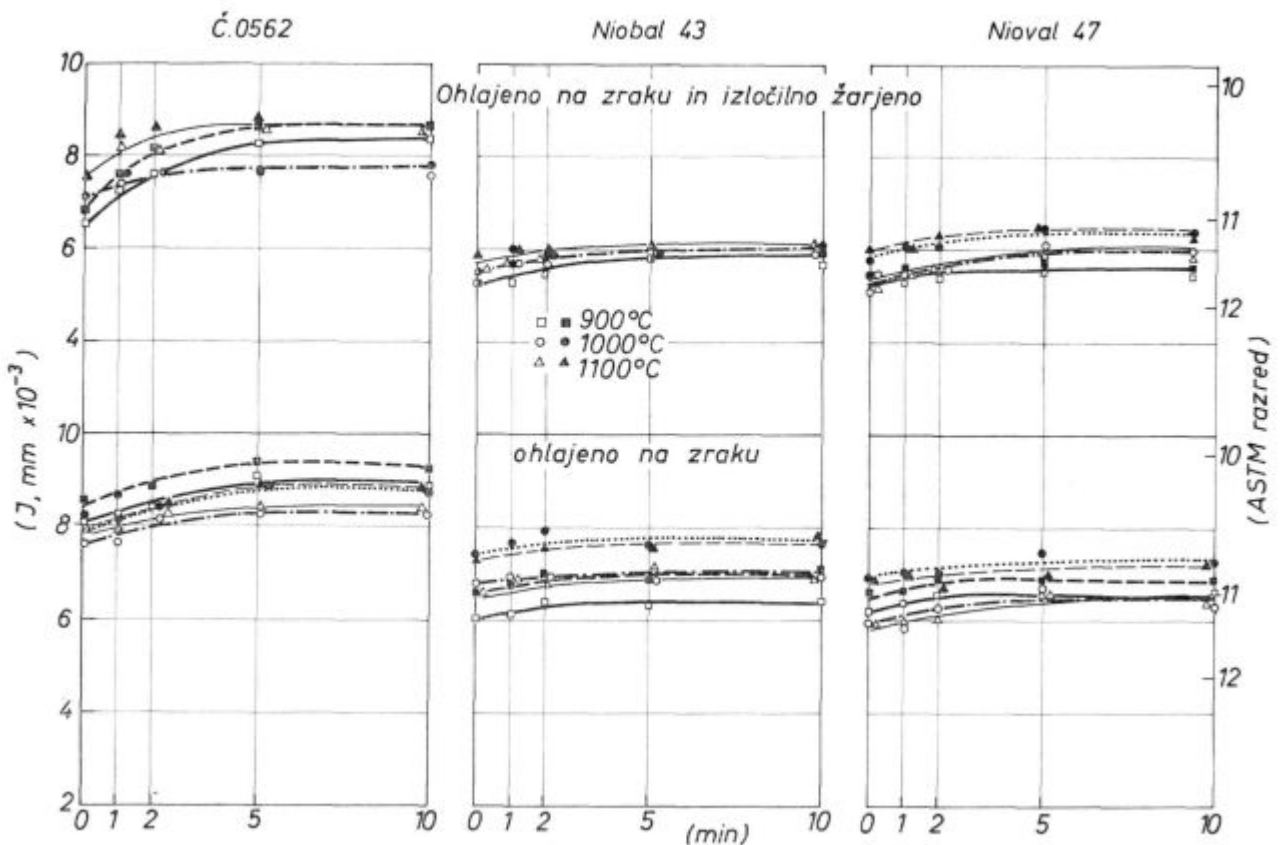


Slika 10

Vpliv temperature deformacije na velikost avstenitnih zrn v jeklih Niobal 43 in Nioval 47

Fig. 10

Influence of temperature of deformation on the size of austenite grains in Niobal 43 and Nioval 47 steel



Slika 11

Vpliv trajanja zadržanja jekel na temperaturi deformacije na intercepcijsko dolžino feritno perlitne mikrostrukture po normalizaciji. Bele točke — deformirano jeklo, črne točke — nedeformirano jeklo

Fig. 11

Influence of the holding time of steel at the temperature of deformation on the intercepting length of ferrite-pearlite microstructure after normalising. Circles — deformed steel, dots — undeformed steel

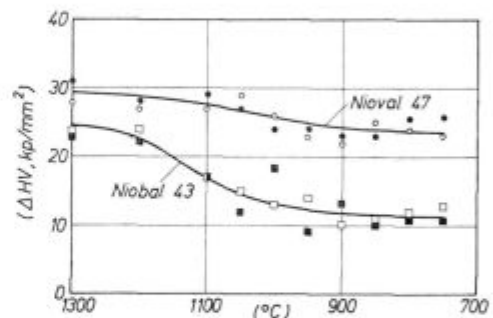
Izotermno zadržanje jekla po deformaciji na temperaturi deformacije ima za posledico rahlo naraščanje velikosti zrn feritno perlitne mikrostrukture po normalizaciji (sl. 11). Pri enaki deformaciji in temperaturi so zrna večja v jeklu Č 0562 kot v mikrolegiranih jeklih, med katerima skoraj ni razlike.

Natančen pregled grafikona na sl. 11 pa kaže, da je mikrostruktura finejša po deformaciji in zadržanju na nižji temperaturi. Podoben je vpliv same deformacije. Zrna so manjša, če je bilo jeklo pred normalizacijo izločilno žarjeno.

Količino niobija in vanadija, ki sta bila zadržana v trdni raztopini v feritu pri ohlajanju po deformaciji je mogoče oceniti iz velikosti utrditve jekla pri izločilnem ogrevanju pri 600 °C. Na sl. 12 vidimo, da znižanje temperature deformacije zmanjšuje izločilno utrditev obeh mikrolegiranih jekel, vendar močnejše utrditev jekla Niobal 43. Padec izločilnega pridobitka trdote je nekoliko hitrejši v intervalu med 1200 in 1000 °C kot pri nižjih temperaturah.

Izotermno zadržanje jekel po deformaciji pri temperaturah deformacije 1100 in 1000 °C ne vpliva na izločilno utrditev (sl. 13). Razlika med de-

formiranim in nedeformiranim jeklom je v intervalu merilnega odstopanja. V osnovi različna je izločilna utrditev po deformaciji in zadržanju pri 900 °C. Že po prvi minuti zadržanja na temperaturi pride do znatnega padca izločilnega pridobitka trdote v deformiranem in v nedeformiranem jeklu.



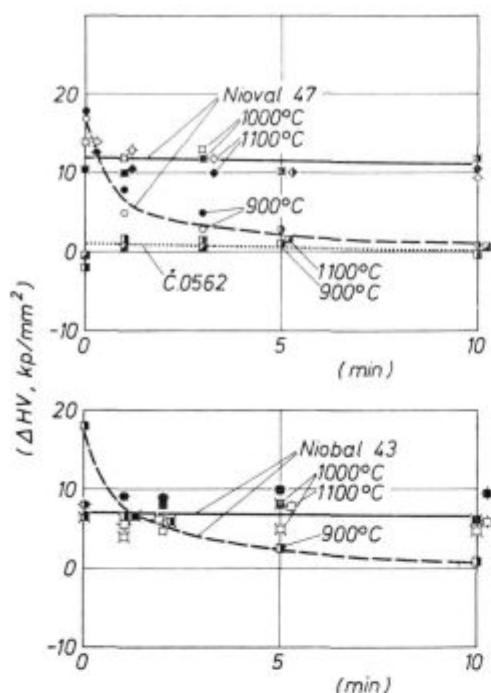
Slika 12

Vpliv temperature deformacije na pridobitev trdote pri izločilnem ogrevanju 1^h pri 600° C

Bele točke — deformirano jeklo, črne točke — nedeformirano jeklo

Fig. 12

Influence of temperature of deformation on the hardness increase at precipitation annealing 1 hour at 600 °C



Slika 13

Vpliv trajanja zadrževanja jekla po deformaciji pri temperaturi deformacije na pridobitek trdote pri izločilnem ogrevanju 1^h pri 600 °C. Bele točke — deformirano jeklo, črne točke — nedeformirano jeklo.

Fig. 13

Influence of the holding time of steel after deformation at the temperature of deformation on the hardness increase at precipitation annealing 1 hour at 600 °C. Circles — deformed steel, dots — undeformed steel

Topnostni produkti za niobijev karbonitrid v avstenitu, katere navajajo Hannaerz, Lindborg in Lehtinen²⁰, kažejo, da je bil v obeh mikrolegiranih jeklih pri vseh treh temperaturah karbonitrid v prenasičeni trdni raztopini v avstenitu.

Na osnovi slik 4, 5, 12 in 13 lahko sklepamo, da deformacija jekla z enim udarcem in eventualna statična rekristalizacija, ki ji sledi, nista povzročili pospešene tvorbe izločkov pri temperaturi deformacije, oz. rekristalizacije. Torej je verjetno pospešeno izločanje v začetku zadrževanja jekla po deformaciji pri 900 °C, znak tega izločanja je padajoči pridobitek trdote zaradi izločilnega ogrevanja, posledica velike prenasičenosti avstenita z niobijevim karbonitridom.

Pridobitek trdote pri izločilnem ogrevanju je močno odvisen od pogojev ohlajanja jekla po deformaciji ali žarjenju. Pridobitek je največji, če ohlajanje da jeklu 100 % bainitno mikrostrukturo. Vsaka difuzijska premena povzroči pospešeno tvorbo karbonitridnih izločkov. Ohlajanje vzorcev na sl. 12 in 13 ni bilo identično, zato ni umestno primerjati pridobitek trdote v obeh primerih, ampak je upravičena samo primerjava vzorcev iste serije, ki so bili ohlajeni v identičnih pogojih.

Raziskave izločkov v elektronskem mikroskopu na ogljenih ekstrakcijskih replikah so poka-

zale, da nastajajo med počasnim ohlajanjem jekla v peči izločki niobijevega karbonitrida z linearno velikostjo nad 2000 Å. To zmanjšuje količine niobijevega karbonitrida, ki je na voljo za izločilno utrditev. Mogoče kaže nekoliko hitrejši padec trdote v intervalu med 1200 in 1000 °C. nad hitrejšo izločanje zaradi optimalne kombinacije hitrosti difuzije niobija v avstenitu in hitrosti nastajanja kali niobijevega karbonitrida.

V jeklu Niobal 37, ki je legirano z niobijem in vanadijem, je izločilni pridobitek trdote večji in se manj spreminja z zmanjšanjem temperature deformacije. Vzrok je izločilna utrditev zaradi tvorbe vanadijevega karbonitrida. Ta ima večji topnostni produkt v avstenitu kot niobijev karbonitrid in zato ostaja v trdni raztopini v avstenitu do nižje temperature kljub počasnemu ohlajanju jekla v peči. To se ujema z dognanji, ki so jih objavili Meyer, Bühler in Heisterkamp¹⁷.

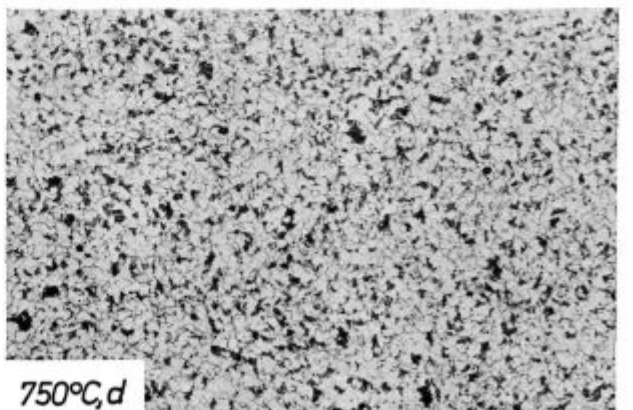
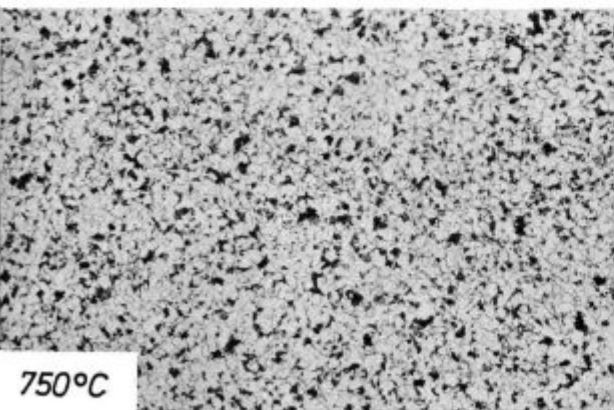
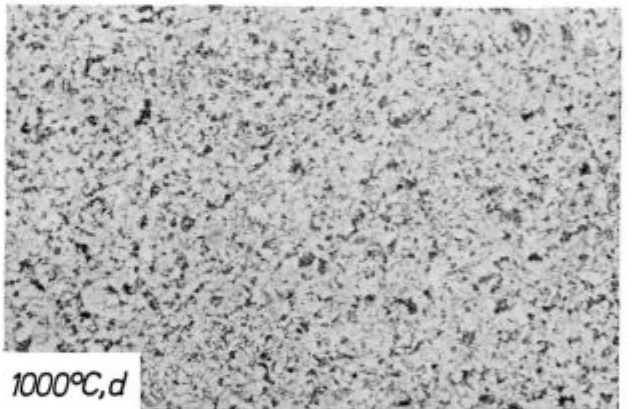
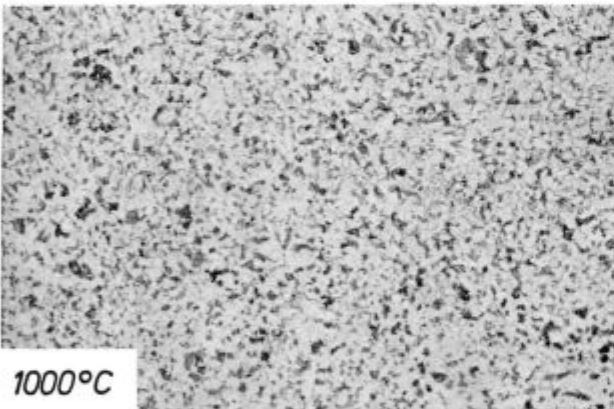
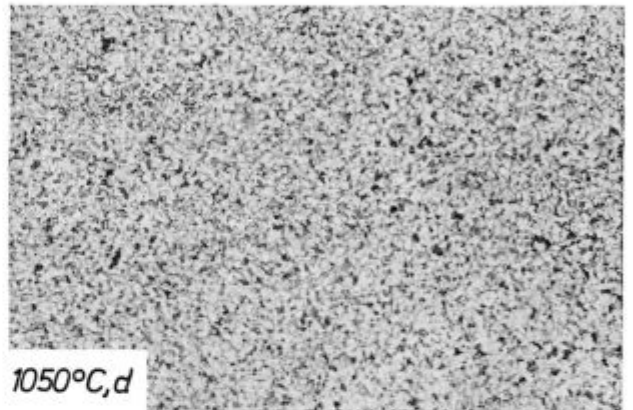
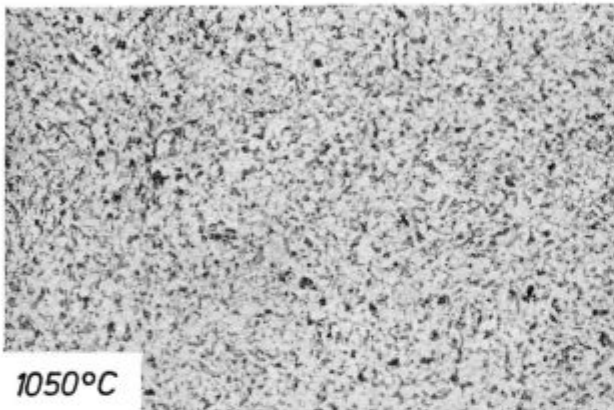
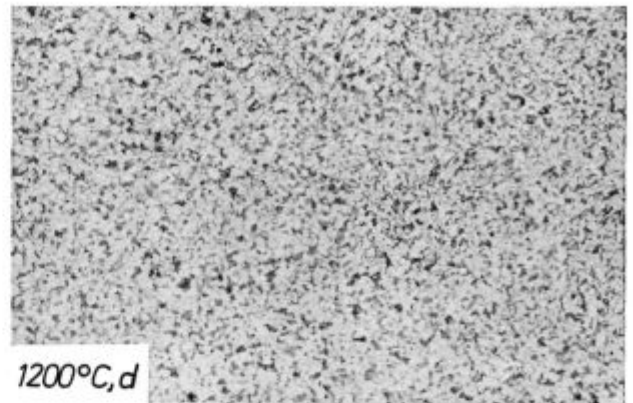
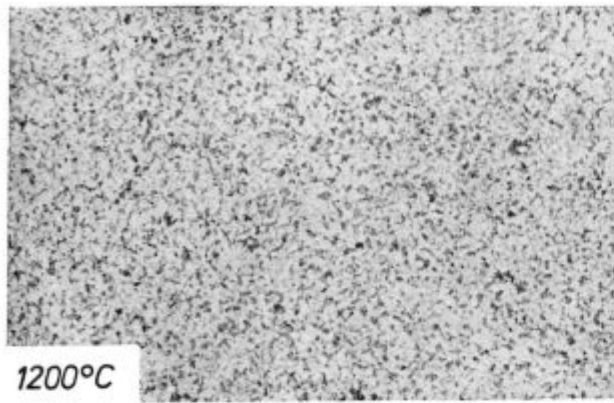
Iz primerjave sl. 5 s slikami 8, 9 in 11 z upoštevanjem sl. 12 in 13 bi lahko sklepali, da je potrebna manjša množina aktivnih karbonitridnih izločkov za inhibicijo rasti avstenitnih zrn, kot za inhibicijo rasti feritnih zrn med kontinuirno premeno pri ohlajanju jekla po ogrevanju za normalizacijo. Metalografske preiskave so pokazale precejšnjo razliko v mikrostrukturi po normalizaciji med jeklom, ki je bilo pred normalizacijo izločilno žarjeno, in jeklom, ki ni bilo izločilno žarjeno. V prvem primeru je bila feritno perlitna mikrostruktura mnogo manj acikularna. Razlika je bila najbolj izrazita pri jeklu Niobal 43 (sl. 14 in 15) in izvira predvsem iz porazdelitve in velikosti zrn lamelnega perlita (sl. 16 in 17). Acikularnost se je zmanjševala tudi pri znižanju temperature deformacije. Podoben, vendar komaj razločen vpliv, je imela pri isti temperaturi deformacija jekla.

Analize v elektronskem mikroanalizatorju so pokazale, da ni razlike v razdelitvi mangana in niobija med feritom in perlitom, ki bi jo lahko vsebinsko povezali z deformacijo, rekristalizacijo in izločilnim ogrevanjem.

V tabeli 3 vidimo, da je v vseh primerih v perlitu več mangana kot v feritu; pri niobiju, kjer je bilo večje trosenje, pa ni nobene sistematične razlike.

Pri izločilnem ogrevanju normaliziranih vzorcev jekla Niobal 43 je bil pridobitek trdote do 5 kp/mm² v obeh primerih, to je v jeklu, ki je bilo, in v jeklu, ki ni bilo izločilno ogrevano pred normalizacijo. To pomeni, da je ostalo v obeh primerih razmeroma malo in približno enako niobija v trdni raztopini v feritu.

Preiskave v elektronskem mikroskopu so pokazale, da so v jeklu podobni karbonitridni izločki po normalizaciji, ne glede na to, ali je bilo jeklo pred tem izločilno ogrevano ali ne. Izločki so bolj gosti in večji po kristalnih mejah, kot pa v notranjosti kristalnih zrn (sl. 18, 19 in 20).

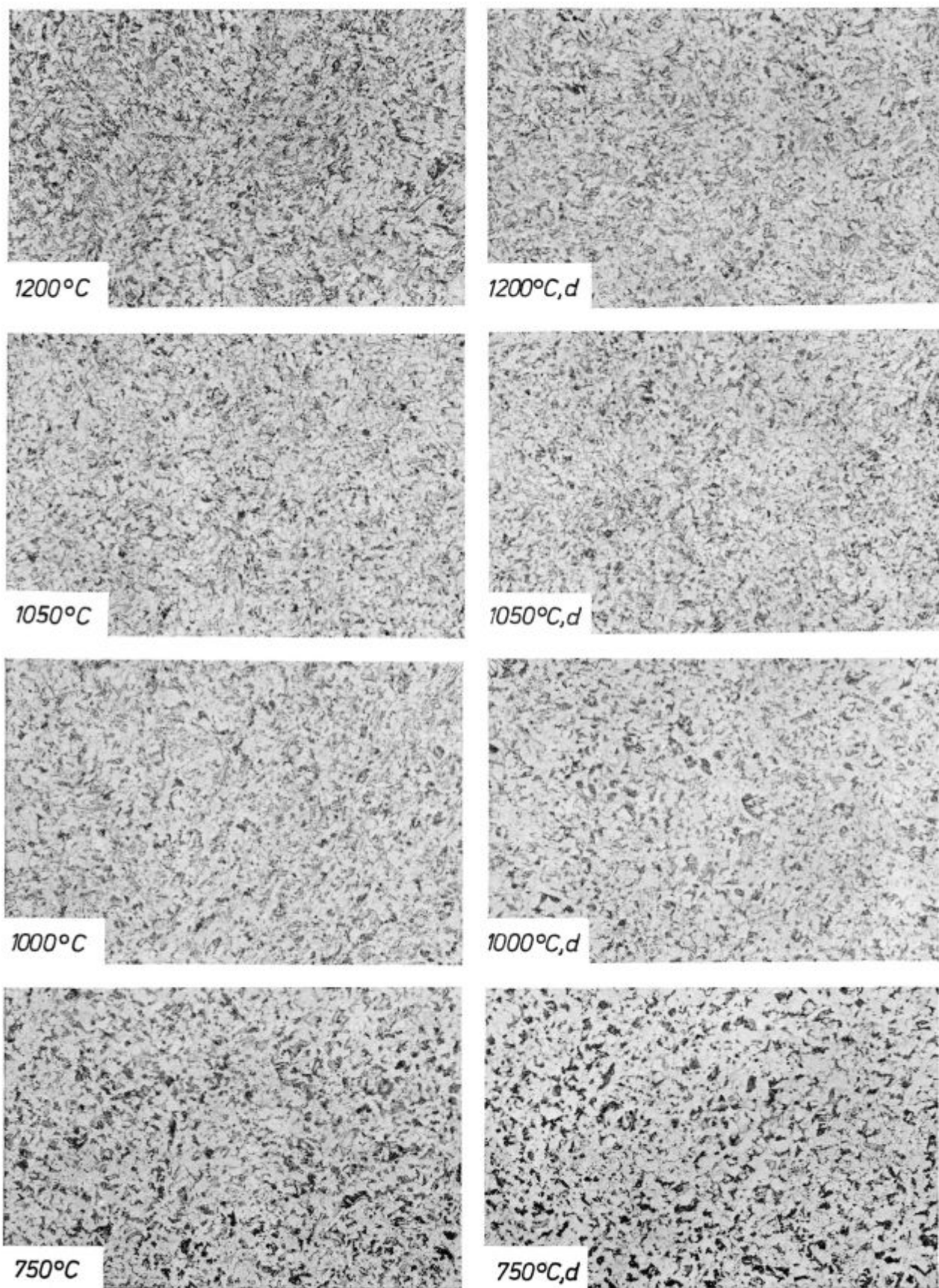


Slika 14

Pov. 100 ×, jedkano z nitalom. Mikrostruktura jekla Niobal 43 po ohladitvi na zraku z različnih temperatur deformacije, izločilnem ogrevanju in normalizaciji. Deformirano jeklo ima oznako d, nedeformirano jeklo je brez oznake

Fig. 14

Magnification 100 ×, nital etched. Microstructure of Niobal 43 steel after air cooling from various temperatures of deformation, precipitation annealing and normalising. Deformed steel is marked with d, undeformed steel is without mark

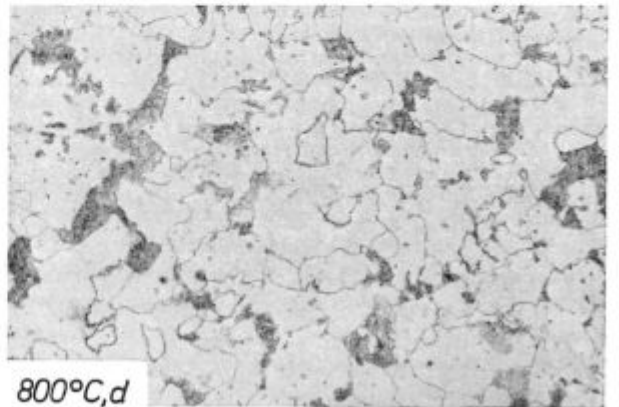
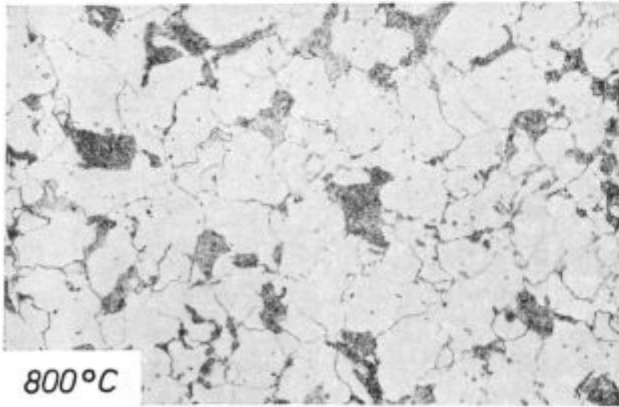
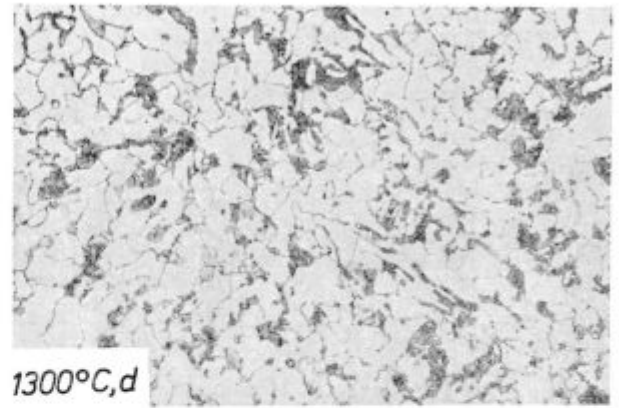
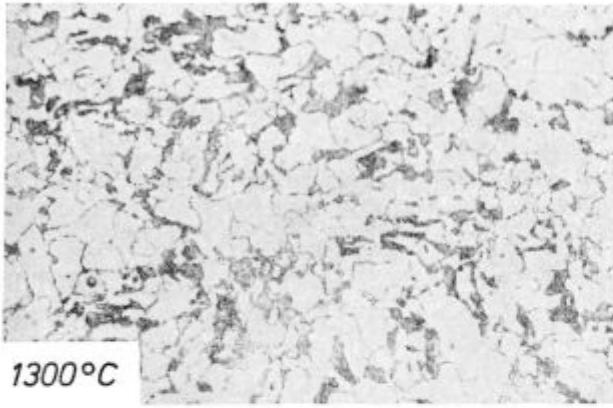


Slika 15

Pov. 100 ×, jedkano z nitalom. Mikrostruktura jekla Niobal 43 po ohladitvi z različnih temperatur deformacije in normalizaciji. Deformirano jeklo ima oznako d, nedeformirano jeklo je brez oznake

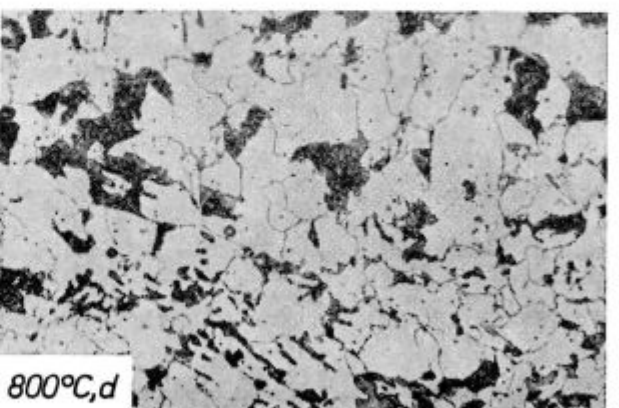
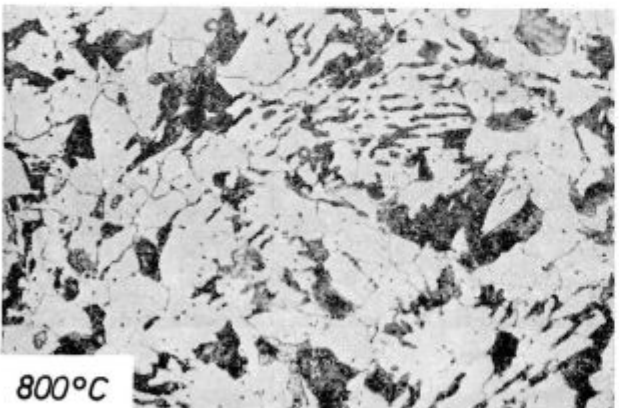
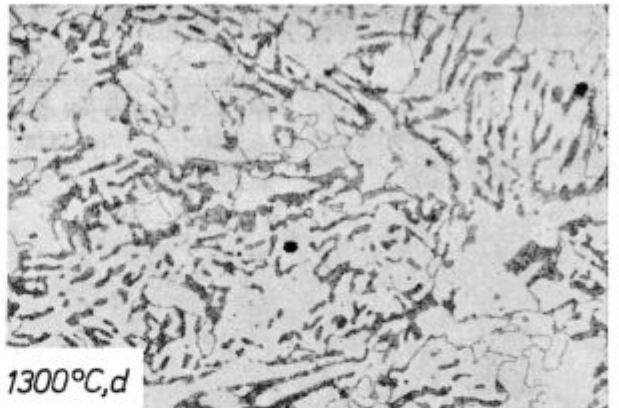
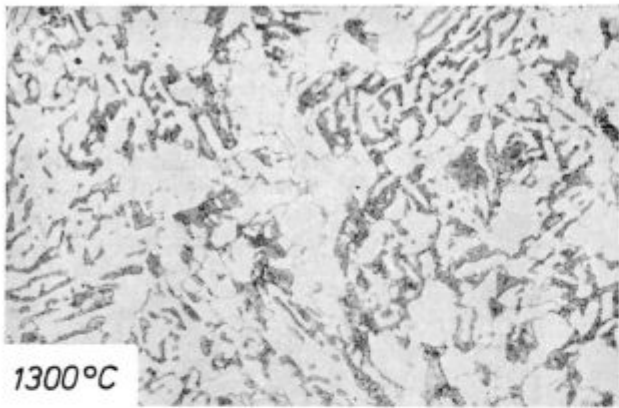
Fig. 15

Magnification 100 ×, nital etched. Microstructure of Niobal 43 steel after cooling from various temperatures of deformation and normalising. Deformed steel is marked with d, undeformed steel is without mark



Slika 16
Pov. 500 ×, jedkano z nitalom. Podobno kot sl. 14, vendar pri večji povečavi

Fig. 16
Magnification 500 ×, nital etched. The same as Fig. 14



Slika 17
Pov. 500 ×, jedkano z nitalom. Podobno kot sl. 15, vendar pri večji povečavi

Fig. 17
Magnification 500 ×, nital etched. The same as Fig. 15

Tabela 3 — Porazdelitev mangana in niobija med ferit in perlit¹. Jeklo Niobal 43, normalizirano stanje

Temperatura °C	Stanje	Ferit		Perlit	
		Mn	Nb	Mn	Nb
1300	def.,	1/0,15 ²	1/0,18	1,05/0,15	0,87/0,25
750	def.,	1/0,13	1/0,31	1,08/0,11	1,08/0,49
1300	def., izl. žarjen	1/0,14	1/0,23	1,03/0,12	0,95/0,26
1300	def., izl. žarjen	1/0,04	1/0,15	1,06/0,06	0,97/0,14
750	izl. žarjen	1/0,04	1/0,64	1,06/0,06	1,02/0,50
750	izl. žarjen	1/0,08	1/0,61	1,05/0,10	0,84/0,63

1. V feritu je privzeta koncentracija 1.
2. V števcu je koncentracija, v imenovalcu pa koeficient variacije, izračunan na osnovi meritev v 15 različnih točkah.

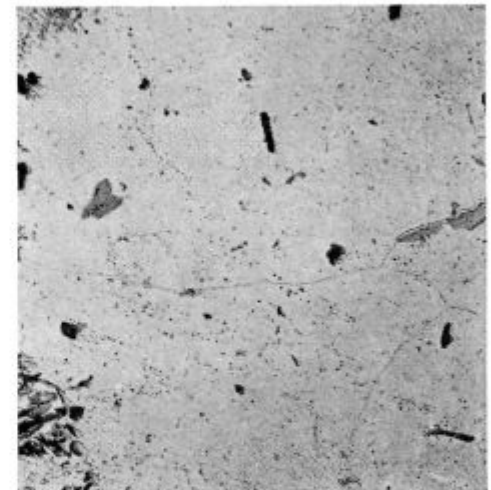
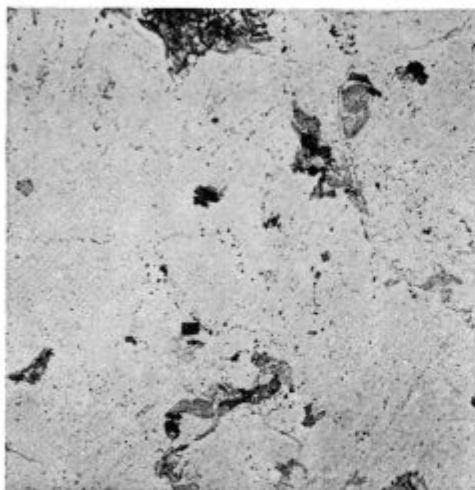


Slika 18 a in b

Pov. 6000 ×, ogljena replika ekstrahirana v brom metanolu. Jeklo je bilo ohlajeno do 900° C, deformirano in normalizirano. Vzorec a je bil pred normalizacijo izločilno žarjen

Fig. 18 a and b

Magnification 6000 ×, carbon replica extracted in bromine methylalcohol. Steel was preliminary cooled to 900 °C, deformed and normalized. Sample a was precipitation annealed before normalising

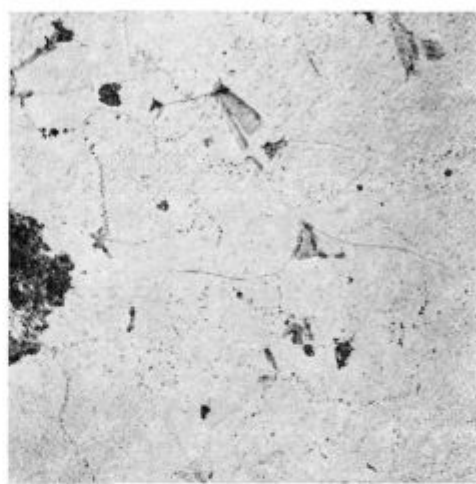
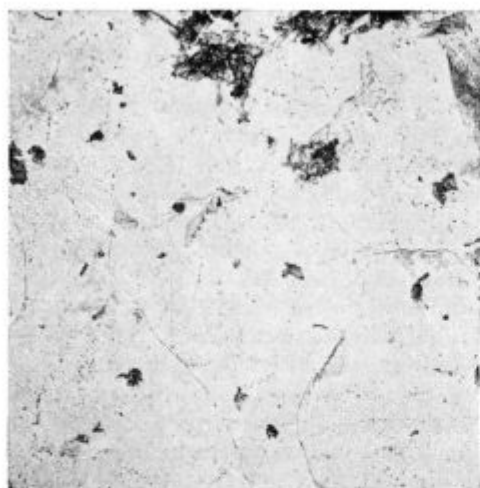


Slika 19 a in b

Pov. 6000 ×, ogljena replika, ekstrahirana v brom metanolu. Podobno kot sl. 18, vendar za temperaturo deformacije 1000° C

Fig. 19 a and b

Magnification 6000 ×, carbon replica was extracted in bromine methylalcohol. The same as in Fig. 18, only temperature of deformation was 1000 °C



Slika 20 a in b

Pov. 6000 ×, ogljena replika, ekstrahirana v brom metanolu. Podobno kot sl. 18, vendar za temperaturo deformacije 1100° C

Fig. 20 a and b

Magnification 6000 ×, carbon replica was extracted in bromine methanol. The same as in Fig. 18, only temperature of deformation was 1100° C

Povprečna velikost približno 150 izločkov je za ca. 50 % večja po kristalnih mejah, kot v notranjosti kristalnih zrn (tabela 4), ni pa nobene razlike med jeklom, ki je bilo pred normalizacijo izločilno ogrevano, in jeklom brez izločilnega ogrevanja pred normalizacijo.

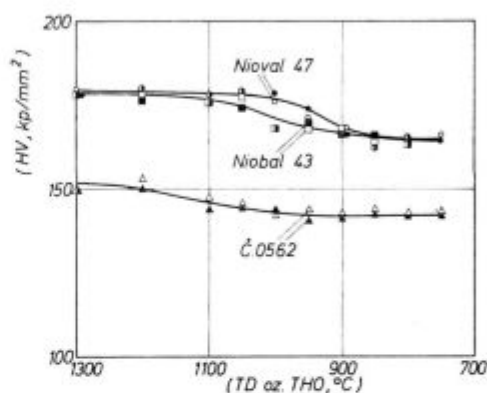
Povečanje trdote pri izločilnem ogrevanju je posledica tvorbe enakomerno porazdeljenih drobnih izločkov¹⁷. Med normalizacijskim ogrevanjem zaradi višje temperature izločki zrastejo povsod, vendar močneje po kristalnih mejah avstenita.

Tabela 4 — Velikost izločkov* v normaliziranih vzorcih jekla Niobal 43 (v Å)

Toplotna obdelava	Kristalne meje	Notranjost zrn
Deformirano pri 900, ohladitev na zraku do 20 °C, izločilno ogrevano, normalizirano	341 ± 106	192 ± 50
Deformirano pri 1100 °C ohladitev na zraku do 20 °C, izločilno ogrevano, normalizirano	304 ± 120	201 ± 67
Ohlajeno v peči do 900 °C, ohlajeno na zraku do 20 °C, normalizirano	324 ± 130	208 ± 60
ohlajeno v peči do 1100 °C, ohlajeno na zraku do 20 °C, normalizirano	305 ± 118	214 ± 55

* Povprečna velikost 150 izločkov, ki se pri 6-kratni povečavi razločijo na posnetkih z izvorno povečavo 6000 ×

Kljub temu je avstenit, ki je imel izločke v začetku ogrevanja za normalizacijo, bolj odporen proti rasti zrn, kot avstenit, ki je imel niobijev karbonitrid v trdni raztopini in so zato izločki nastajali med ogrevanjem za normalizacijo. To dokazuje, da inhibira niobijev karbonitrid (in manj aluminijev nitrid in vanadijev karbonitrid, ki sta prisotna v aktivnih izločkih pri temperaturi normalizacije v manjši količini kot niobijev karbonitrid), močneje rast avstenitnih zrn, če je v trenutku začetka ogrevanja za normalizacijo v obliki drobnih izločkov, kot če je v trdni raztopini. Lahko tudi sklepamo, da v začetku ogrevanja za normalizacijo rast avstenitnih zrn prehitveva tvorbo



Slika 21

Vpliv temperature deformacije na trdoto jekel po normalizaciji. Pred normalizacijo so bila jekla izločilno žarjena. Beli znaki — deformirano jeklo, črni znaki — nedeformirano jeklo

Fig. 21

Influence of temperature of deformation on the steel hardness after normalising. Before normalising steel was precipitation annealed. Circles — deformed steel, dots — undeformed steel

izločkov niobijevega karbonitrida. Končno lahko sklepamo, da je vzrok razlike v mikrostrukturi med jeklom, ki je bilo, in jeklom, ki ni bilo pred normalizacijo izločilno ogrevano, le razlika v velikosti realnih avstenitnih zrn v obeh primerih.

Trdota deformiranega in nedeformiranega jekla je pri normalizaciji skoraj enaka in se rahlo zmanjšuje s padanjem temperature deformacije (sl. 21 in 22).

Izotermno zadržanje jekel po deformaciji na temperaturi deformacije je brez zaznavnega učinka na trdoto po normalizaciji (sl. 23). Razlika v

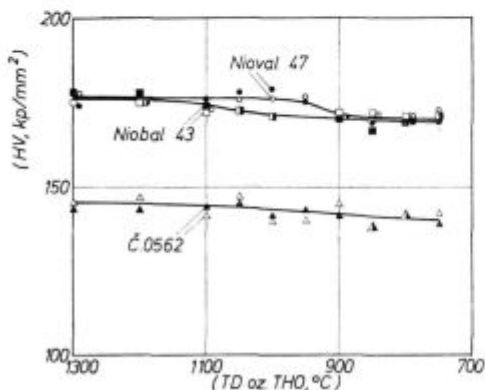
trdoti zaradi različnih temperatur zadrževanja po deformaciji je majhna in enakega značaja kot na sl. 22 in 23.

Ce upoštevamo opisane raziskave mikrostrukture in trdote, lahko pridemo do splošnega zaključka, da dosežemo v normaliziranem stanju enakovredno kvaliteto mikrolegiranih jekel, če jih ocenjujemo s stališča trdote in mikrostrukture, s tem da nadomestimo nizko končno temperaturo valjanja, zaradi katere pride do tvorbe izločkov niobijevega karbonitrida med predelavo, z višjo končno temperaturo valjanja, primernim ohlajanjem in izločilnim ogrevanjem.

4. ZAKLJUČKI

Preizkusili smo deformacijo in toplotno obdelavo treh različnih jekel z namenom, da ugotovimo, kako vpliva temperatura deformacije, velikost avstenitnih zrn in izločilno ogrevanje na mikrostrukturo in trdoto mikrolegiranih jekel.

Rezultati dela kažejo, da je razlika v velikosti avstenitnih zrn pred normalizacijo do 4 razrede ASTM skale (razlika v velikosti zrn po vroči deformaciji in eventualni rekristalizaciji jekla) skoraj brez vpliva na velikost avstenitnih zrn pri temperaturi normalizacije in velikost feritnih in perlitnih zrn v normaliziranem jeklu. Velikost teh zrn in regularnost mikrostrukture normaliziranega jekla sta odvisni od tega, ali je bil v trenutku začetka ogrevanja za normalizacijo niobij v trdni raztopini ali v drobnih, enakomerno razporejenih

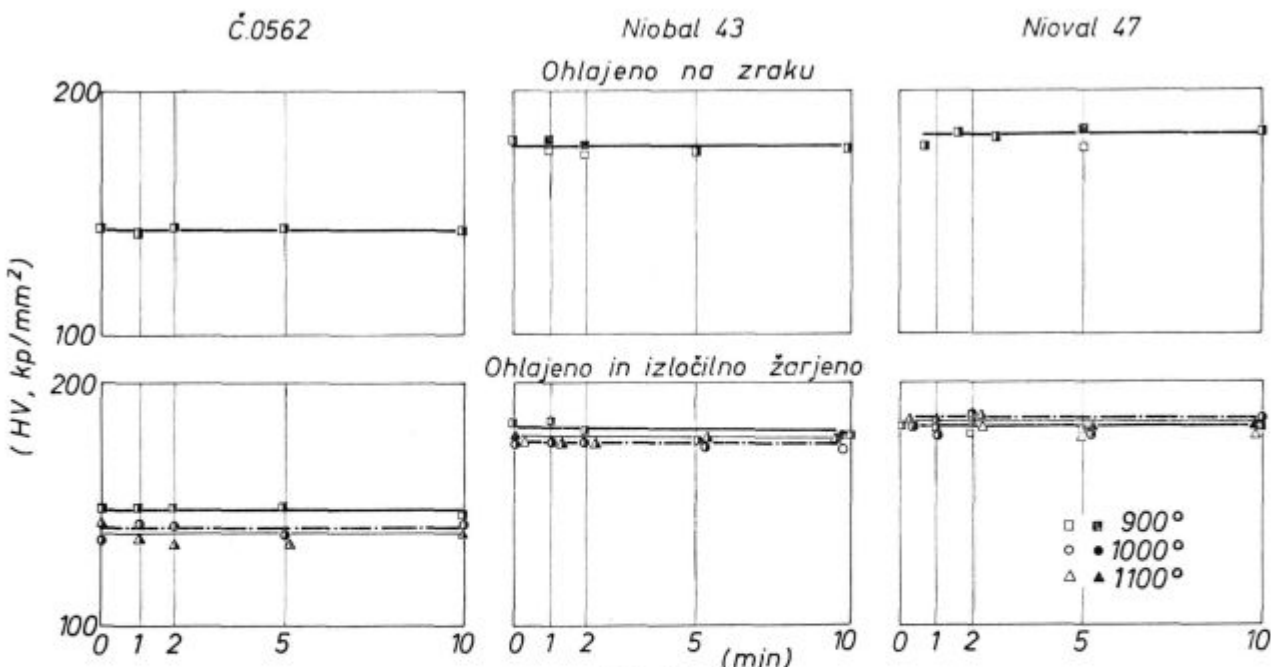


Slika 22

Enako kot sl. 21, vendar za jekla, ki pred normalizacijo niso bila izločilno žarjena

Fig. 22

The same as in Fig. 21, but for steel which was not precipitation annealed before normalising



Slika 23

Vpliv trajanja zadržanja jekla po deformaciji na temperaturi deformacije na trdoto jekla po normalizaciji. Beli znaki — deformirano jeklo, črni znaki — nedeformirano jeklo

Fig. 23

Influence of the holding time of steel (after deformation) at the temperature of deformation on the hardness of steel after normalising. Circle — deformed steel, dots — undeformed steel

izločkih. Inhibicijski vpliv niobija na rast zrn je večji in vpliv na izoblikovanje enakomerne feritno perlitne mikrostrukture normaliziranega jekla je boljši, če je pred normalizacijo niobij v drobnih izločkih.

Med normalizacijo prihaja do rasti in prerazporeditve izločkov tako, da so enako veliki in podobno razporejeni izločki v jeklu, ki je bilo pred normalizacijo izločilno žarjeno, in jeklom, ki je imelo niobij v trdni raztopini. Kljub temu pa ohranijo ugoden vpliv na jeklo izločki, ki so nastali med ogrevanjem pri nižji temperaturi.

Vroča deformacija jekla z enim udarcem in tej deformaciji ustrezna eventualna statična rekristalizacija jekla ne povzročita izločanja niobijevega karbonitrida v obsegu, ki bi ga mogli zaznati s pridobitkom trdote pri izločilnem ogrevanju (ca. 0,01 % Nb).

Različna temperatura deformacije in zadrževanja jekla na temperaturi deformacije 900 do 1100 °C do 10 minut skoraj ne vplivata na trdoto jekla po normalizaciji.

Iz rezultatov tega dela in z upoštevanjem trdote in mikrostrukture kot kriterijev za oceno je mogoče sklepati, da je mogoče nadomestiti nizko temperaturo konca predelave jekla, mikrolegiranega z niobijem, s končno predelavo pri višji temperaturi, primernim ohlajanjem in izločilnim žarjenjem, če je potrebno jeklene polproizvode ali konstrukcije normalizirati.

To delo sta materialno podprli SŽ Železarna Jesenice in Raziskovalna skupnost Slovenije.

BIBLIOGRAFIJA

1. K. J. Irvine in F. B. Pickering: JISI 201, 1963, št. 11, 944—959.
2. W. B. Morrison: JISI 201, 1963, št. 4, 317—325.
3. J. D. Jones in A. B. Rothwell: ISI spec. Pub. 108, 1966.
4. W. E. D. Duckworth, R. Philips in J. A. Chapman: JISI 203, 1965, 1108—1112.
5. T. N. Baker: JISI 211, 1973, 502—510.
6. T. N. Baker: Metals Technology 1, 1974, 126—131.
7. B. L. Philipp in F. A. A. Crane: JISI 211, 1973, 658—659.
8. K. J. Irvine, T. Gladmann, J. Orr in F. B. Pickering: JISI 208, 1970, 717—726.
9. J. M. Gray, D. Webster in J. H. Woodhead: JISI 203, 1965, 812—818.
10. Mandry P., R. Namdar in C. Wache: Rev. Metal 66, 1969, 563—573.
11. M. Tanino in K. Aoki: Transactions JISI 8, 1968, 337—345.
12. A. Constant, M. Grunbach in G. Sanz: HTM 26, 1971, 364—374.
13. A. D. Battle in R. W. Honeycombe: JISI 211, 1973, 284—289.
14. E. Hornbogen in E. Minuth: Arch. Eisen. 44, 1973, 621—628.
15. M. Gabrovšek: Železarski zbornik 6, 1972, 11—24.
16. A. Le Bon, J. Rofes-Vernis in C. Rossard: Mem. Scient. Rev. Metall. 70, 1973, 577—588.
17. L. Meyer, H. E. Bühler in F. Heisterkamp: Thyssenforschung 3, 1971, 8—43.
18. I. L. Dillamore, R. F. Dewsnap in M. G. Frost: Metals Technology 2, 1975, 294—302.
19. G. A. Wilber, J. R. Bell in W. J. Childs: Trans. Metall. Soc. AIME, 242, 1968, 2305—2308.
20. N. E. Hannaerz, U. Lindborg in H. Lehtinen: Journal of ISI 206, 1968, 68—72.

ZUSAMMENFASSUNG

Es sind Versuche der einstufigen Warmverformung der Mn, MnNb und MnNbV Konstruktionsstähle im Temperaturintervall zwischen 1300° und 750 °C durchgeführt worden. Die verformten Proben sind teilweise ausscheidungsgeglüht, teilweise nicht geglüht und dann normalgeglüht worden. Auf diesen Problem sind lichtmikroskopische und elektronenmikroskopische Untersuchungen und Härtemessungen durchgeführt worden.

Die Untersuchungen haben ergeben, dass der Unterschied in der Austenitkorngröße, welcher vor dem Normalglühen 4 Klassen der ASTM Reihe betragen hat (der Unterschied in der Korngröße nach der Warmverformung und eventueller Rekristallisation), praktisch keinen Einfluss auf die Austenitkorngröße bei der Temperatur der Normalglühung und auf die Ferrit- und Perlitkorngröße im normalgeglühten Zustand hat.

Die Größe der Körner und die Regelmäßigkeit des Mikrogefüges des normalgeglühten Stahles hängen davon ab, wenn im Zeitpunkt des Anlaufes der Normalglühung Niobium in einer festen Lösung oder in feinen gleichmäßig verteilten Ausscheidungen war.

Der hemmende Einfluss des Niobiums auf das Wachstum der Körner ist grösser und der Einfluss auf die Ausbildung eines homogenen ferritisch perlitischen Mikrogefüges eines normalgeglühten Stahles ist besser, wenn vor dem Normalglühen das Niobium in feinen Ausscheidungen vorliegt.

Während des Normalglühens kommt es zum Wachsen und Veranordnen der Ausscheidungen, so dass diese im Stahl, welcher ausscheidungsgeglüht war, gleich gross und ähnlich verteilt sind wie im Stahl, welcher das Niob in fester Lösung hatte. Trotzdem behalten die Ausscheidungen, welche während der Erwärmung bei niedriger Temperatur entstanden sind, einen günstigen Einfluss auf den Stahl.

Warmverformung des Stahles mit einem Schlag und dieser Verformung folgende statische Rekristallisation des Stahles verursachen keine Ausscheidung des Niobkarbonitrides in dem Umfang, dass wir ihr durch eine Erhöhung der Härte beim Ausscheidungsglühen (ca 0,01% Nb) wahrnehmen könnten.

Verschiedene Warmformgebungstemperatur und ein Anhalten auf der Warmformgebungstemperatur von 900 bis 1100° C bis zu 10 Minuten, haben praktisch keinen Einfluss auf die Härte nach der Normalglühung.

Aus den Ergebnissen dieser Arbeit und mit der Berücksichtigung der Härte und des Mikrogefüges als Beurteilungskriterien ist es möglich zu schliessen, dass es möglich ist die niedrige Temperatur am Ende der Warmverformung eines mit Niob mikrolegierten Stahles mit einer Endverformung bei höherer Temperatur, einer geeigneten Kühlung und Ausscheidungsglühung zu ersetzen, wenn es nötig ist die stählernen Halbprodukte oder Konstruktionen einer Normalglühung auszusetzen.

SUMMARY

Structural Mn, MnNb, and MnNbV steel were hot deformed in one step between 1300 and 750° C. Some of the deformed samples were precipitation annealed, but all were then normalized. They were investigated in optical and electron microscope, and their hardness was measured.

The results show that difference in the size of austenite grains before normalising achieves four degrees of ASTM scale (i. e. difference after hot deformation and eventual recrystallization of steel) but this difference has practically no influence on the size of austenite grains at the normalising temperature and on the size of ferrite and pearlite grains in normalized steel. The size of these grains and the regularity of the microstructure of normalized steel depend on the form of niobium at the beginning of normalising, i. e. whether it is in solid solution or in fine uniformly distributed precipitates. Inhibition influence of niobium on the grain growth is greater and the influence on the formation of uniform ferrite-pearlite microstructure of normalized steel is more favourable if niobium is finely precipitated before normalising.

During normalising, the grains grow and the precipitates are rearranged so that the precipitates in the steel

which was precipitation annealed before normalising and in the steel which contained niobium in solid solution are of the same size and similarly distributed. Nevertheless, the precipitates which were formed during heating at lower temperatures preserve their favourable influence on steel.

Hot deformation of steel with one blow, and the eventual static recrystallization of steel after the deformation do not cause precipitation of niobium carbonitride in such an extent that hardness will be increased during precipitation annealing (about 0.01 % Nb).

Various temperatures of deformation and keeping steel at the temperature of deformation between 900 and 1100° C up to 10 minutes proved to have practically no influence on the steel hardness after normalising.

The results of this investigation, if hardness, and microstructure are taken as the measure, lead to the conclusion that the low temperature of the end of working niobium microalloyed steel can be substituted with final working at higher temperature, with suitable cooling and precipitation annealing, if steel semiproducts or structures are to be normalized.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведены опытные результаты исследования одноступенчатой горячей деформации инструментальных сталей марок Mn, MnNb и MnNbV при t -ном интервале между 1300 и 1700° C. Образцы, взятые для выполнения деформации были частью подвергнуты дисперсионному отжигу и после этого нормализованы. Исследование образцов выполнено с оптическим и электронным микроскопом, определена также твердость. Результаты работы показали, что величина аустенитных зерен до нормализации до 4-го класса по шкале ASTM (разница в величине зерен после горячей деформации и возможная рекристаллизация стали) практически без влияния на величину аустенитных зерен при t -ре нормализации и величине ферритных и перлитных зерен в нормализованной стали. Величина этих зерен и регулярность микроструктуры нормализованной стали зависят от состояния в котором находился ниобий в момент начала нагрева для выполнения нормализации, т. е. в твердом растворе или в форме мелких, равномерно расположенных выделений. Замедлительное влияние ниобия на рост зерен и его влияние на образование равномерной феррито-перлитной микроструктуры нормализованной стали увеличено, если ниобий до нормализации в форме мелких выделений. В течении нормализации наступает объемное увеличение

и перегруппировка выделений, так что правильное расположение и величина выделений полученное дисперсионным отжигом стали до нормализации одинакова с микроструктурой выделений стали в которой ниобий находился в твердом растворе. Несмотря на это, благоприятное влияние на сталь сохранили выделения, которые образовались нагреванием при более низкой t -ре.

Горячая деформация стали с одним ударом и возможно последующая статическая рекристаллизация стали не вызывают выделение карбонитрида ниобия в такой мере, чтобы оказалась возможность его влияния на повышение твердости стали при дисперсионном отжиге (прибл. 0,01 % Nb). Различная t -ра деформации и задерживание стали при t -ре деформации 900—1100° C в течении 10 мин. практически не влияет на твердость стали после нормализации.

Из результатов этой работы, при учете твердости и микроструктуры как критериев для оценки, можно подвести следующее: низкую t -ру при конце переработки микросплавной с ниобием стали можно заменить с обработкой при более высокой t -ре применив соответствующее охлаждение и дисперсионный отжиг в случае надобности по нормализации полупродуктов или в отдельных конструкциях.